

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN(11)Publication number : **60-165400**(43)Date of publication of application : **28.08.1985**

(51)Int.Cl.

C25F 3/08**H01J 5/32****H01J 9/32**(21)Application number : **59-019348**(71)Applicant : **TOSHIBA CORP**(22)Date of filing : **07.02.1984**(72)Inventor : **SHIMIZU TADASHI****(54) MOLYBDENUM MATERIAL AND SURFACE-SMOOTHENING METHOD THEREFOR**

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide structural Mo material obtained by subjecting the Mo material to electrolytic polishing in specified conditions, having surface roughness of not greater than $5\mu\text{m}$, and contributing to enhancement of characteristics or useful life when being used for a lamp or an electron tube.

CONSTITUTION: Mo material is immersed in an electrolytic solution having sulfuric acid concentration of about 30W80% and temperature of not higher than 40°C , and electrolytic polishing is conducted with a current density of about 30W 50A/dm², whereby the Mo material having the surface roughness of not greater than $5\mu\text{m}$ can be obtained. When the Mo material having the smoothened surface is used as a Mo foil for connecting internal and external lead wires for a lamp, the foil can be sealed easily and perfectly, and when the Mo material is used as a grid wire in an electron tube, the frequency of breakage of the material at the time of forming can be reduced.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

⑫ 公開特許公報(A)

昭60-165400

⑬ Int.Cl.⁴

C 25 F 3/08
H 01 J 5/32
9/32

識別記号

庁内整理番号

7011-4K
6722-5C
6680-5C

⑭ 公開 昭和60年(1985)8月28日

審査請求 未請求 発明の数 2 (全3頁)

⑮ 発明の名称 モリブデン材及びその表面平滑化方法

⑯ 特 願 昭59-19348

⑰ 出 願 昭59(1984)2月7日

⑱ 発 明 者 清水 忠 横浜市磯子区新杉田町8番地 東京芝浦電気株式会社横浜
金属工場内

⑲ 出 願 人 株式会社東芝 川崎市幸区堀川町72番地

⑳ 代 理 人 弁理士 津 国 肇

明 細 書

1. 発明の名称

モリブデン材及びその表面平滑化方法

2. 特許請求の範囲

1. 表面粗さが5 μm 以下であることを特徴とするモリブデン材。
2. モリブデン材が、構造材用モリブデン材である特許請求の範囲第1項に記載のモリブデン材。
3. 構造材用モリブデン材が、ランプ用又は電子管用である特許請求の範囲第2項に記載のモリブデン材。
4. モリブデン材を硫酸濃度30～80%で温度4.0℃以下の電解液中に浸漬し、電流密度30～50 A/dm²で電解研摩処理を施すことを特徴とするモリブデン材の表面平滑化方法。

3. 発明の詳細な説明

〔発明の技術分野〕

本発明は、ランプ用あるいは電子管用として用

いた時、特性あるいは寿命向上に寄与する構造用モリブデン(Mo)材とその製造方法に関するものである。

〔発明の技術的背景とその問題点〕

ランプ用特に、ハロゲンランプでは、硬質ガラスあるいは石英ガラス封着部で外部リード線と内部リード線を接続するためにMoの箔が用いられているが、該Mo箔の表面状態が粗い場合にはMo箔を完全にシールすることが難しく、また、Moとガラスの熱膨張係数の差により、表面が粗くなる程ガラスに加わる応力が複雑になり、封着後、ランプ製造工程中にリークによるフィラメントの酸化、その他ランプ特性に重大な悪影響を及ぼす。

また、電子管のグリッド線として用いた時、ワイピング後フォーミング加工しグリッドの形状を整えるが、表面が粗い場合、切欠き効果により断線することがある。更には、グリッドのフレーム材として使用した場合管径によつては、エミッション特性が安定しにくい等種々の問題があつた。

このようなことから、表面粗さが5 μm 以下の

表面平滑なMo材が強く求められている。

〔発明の目的〕

本発明は、上記した問題点を解決し、表面粗さが $5\mu\text{m}$ 以下である表面平滑なMo材とそのようなMo材を得るための表面平滑化方法の提供を目的とする。なお、本発明でいう表面粗さとは、JIS-B 0601で規定する最大高さ(R_{max})を意味する。

〔発明の概要〕

本発明者は、上記目的を達成すべく、表面平滑化方法として知られている電解研磨法をMo材に適用して種々研究を重ね、電解研磨法における電解研磨液の種類とその温度、電解電流密度とその電解電源について検討した結果後述する態様のときMo材の表面を極めて平滑にしうることが可能であり、各々を製品に組込んだ時、特性的にきわめて良好であるとの結論に達した。

すなわち、本発明のMo材はその表面粗さが $5\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とし、また、表面平滑化方法は、Mo材を硫酸濃度30～80%で温度

40℃以下の電解液中に浸漬し、電流密度30～50 A/dm²で電解研磨することを特徴とする。

まず、電解液としては硫酸液が用いられる液の濃度は濃い方がよく硫酸濃度があまり薄いと平滑化効果が小さい。しかしあまり濃くなると後述する電流密度がとりにくくなり電流密度を所定の範囲内にするために、付帯設備の大型化等が必要となり、設備投資金額が高額になつて経済的ではない。本発明にあつては30～80%が適当であり好ましくは40～60%である。

電解液の温度は低い方が効果的であり、40℃以下が好ましい。一方、生産技術の点からいえば10℃以上が好ましいので、10～40℃であれば良い。更に、電解研磨時における温度の変動を極力小さくすることが必要であり、特に±10℃以内にすることが望ましい。

また、電解研磨処理時、Mo材に印加する電流密度が過少又は過大の場合には表面エッチングが起こつて逆に表面の凹凸が大きくなつてしまふ。本発明にあつては30～50 A/dm²に管理される。

好ましくは、約35～45 A/dm²である。

本発明の方法によつて得られるMo材の表面粗さは、電解研磨処理前のMo材の表面状態及びその寸法形状によつて影響を受けるので、そのことを勘案して電解研磨時間すなわち電解研磨量は、所望する平滑度、処理前のMo材の態様に応じてその都度適宜に調整されることが必要である。

〔発明の実施例〕

実施例1

粉末冶金法により製造したMo焼結体を転打、引抜加工し、線径を $154\mu\text{m}$ まで加工した。このMo線を硫酸濃度50%、液温30～40℃の電解液の中に浸漬し、直流電源により直流電解電流密度40 A/dm²、20 m/minの速度で電解研磨し線径 $150\mu\text{m}$ のMo線を得た。この時のMo線の表面粗さは、Mo線をMo線の軸方向と直角方向に切断し、熱硬化性樹脂の中に組み込み、電子顕微鏡により測定した結果最大 $1\mu\text{m}$ であつた。この時、一般に行なわれている電解研磨法即ち、電解液として15%の水酸化ナトリウム液を用い、

交流電源により電流密度40 A/dm²で処理したMo線は表面粗さが最大 $9\mu\text{m}$ であつた。これら二方法により電解研磨を施したMo線を水素炉中にて1600℃で45 m/minの一定速度で焼鈍し、得られたMo線を実際にグリッド線としてフレーム材に巻きつけフォーミング加工し、切れとの相関を調査した。この結果、Mo線3000mを使用した時、切れ回数は従来電解法によるMo線は3回であつたのに対し、本実施例によるMo線はゼロ回であつた。又、電解研磨条件を変え、Mo線の表面粗さと切れ回数との関係についても調査した。その結果を図に示した。図から、表面粗さが $5\mu\text{m}$ 以下、とくに $3\mu\text{m}$ 以下のMo材は好適であることがわかる。

実施例2

粉末冶金法により得られたMoの焼結体を転打、圧延し、巾2.1mm、厚さ29.5 μm の箔を製造した。この箔を硫酸濃度50%、液温30～35℃の電解液の中に浸漬し、直流電解電流密度38 A/dm²、15 m/minの一定速度で電解研磨し、巾

2.0 mm、厚さ28 μm のMo箔を得た。この箔を長さ20 mmに切断し表面粗さ計により測定した結果、最大表面粗さは0.9 μm であつた。上記電解研磨方法により得られたMo箔をハロゲンランプに組み込み、点灯中のスローリークによるランプ不具合発生率との関連性をランプ4000個について調査したが、まったく発生はなかつた。又、従来電解研磨法により得られたMo箔（表面粗さは7 μm ）の従来実績ではMo箔が原因で、ランプ製造工程中に発生するリークは0.1～0.2多であつた。

〔発明の効果〕

以上の説明で明らかなように、本発明方法で得られたMo材はその表面が極めて平滑であるので、電子管用グリッドフレームのリード材、ハロゲンランプのフィラメントなどに適用して有用である。

4. 図面の簡単な説明

図は、実施例1の方法で処理したMo箔の表面粗さと、それをフォーミングしたときの切れ回数との関係図である。

